

オメガトロン(簡易型質量分析計)の定量性  
(オメガトロンの利用に関する研究-第2報)

K.K.神戸製鋼所 中央研究所 理博 草道英武・福原 義浩  
○森本浩太郎

三菱電機K.K. 中央研究所 藤永 敦・花坂 孝雄

1. 緒言 ----- 現在の真空冶金に関する研究は全圧しか示さない真空計を使用しているため研究には行きづまりが見えてきている。そこでわれわれはオメガトロン質量分析計を冶金反応の研究に応用することにし、まずオメガトロンの定量性についての実験を行なった。

2. 実験方法 ----- 実験は実験計画法に従って一連の実験計画を立て、結果を統計解析した。その概要を示す。①混合試料を作成してその組成を求め、真の組成と比較検討することを目的とする。②試料は実際の冶金反応で最も重要な  $H_2$ ,  $CO$ ,  $N_2$  の混合気体とし、 $S_1$  から  $S_4$  までの4種類を第1表の割合で作成する。③この  $S_1 \sim S_4$  の各試料について1日3回ずつランダムに計12回分析する。④測定は1日おきに装置を停止して6回のくりかえしを行ない、装置を停止することによる性能の変化を調べる。⑤結果は  $H_2 : CO + N_2$  の比率で求める。⑥データの統計解析をして日内変動・日間変動を調べ、 $\bar{x} - R$  管理図を描く。⑦5日目までのデータから検量線(回帰式)を求め、6日目の分析値から組成を推定し真値と比べてみる。

3. 実験結果および考察 ----- 実験結果を第2表に示す。解析は%  $H_2$  について行ないふではいつも%  $H_2 = 0$  という結果が出たので省く。まず第3表に日内変動と日間変動を示す。これより日内の実験では十分誤差が小さいといえる。測定値と真値の関係調べてみると2日目のデータ以外は真値よりも値が高目にてている。また測定値はある決った傾向をもたず、日をおいて管球が劣化してゆく傾向はなかった。2日目のデータは  $\bar{x} - R$  管理図から外れていたのをこれを除いて1日目から5日目までのデータから回帰式を求め、この式を用いて6日目のデータを真値を推定した。これを第4表に示すがかなりよい値が得られたといえる。回帰式の  $1/1$  という傾きと、2.24 というバイアスは管球自体の特性と思われる。

4. 結言 ----- オメガトロンの日内誤差は25%の範囲

(信頼度95%)で絶対誤差で最大±6%、相対誤差で最大±12%であり、測定時の誤差を考慮するとかなりよい値といえる。これよりオメガトロンが冶金反応の研究に有力な武器となることがわかった。

第1表 試料の混合比(%)

試料	$H_2$	$CO$	$N_2$
$S_1$	0	90	10
$S_2$	25	65	10
$S_3$	50	40	10
$S_4$	75	15	10

第3表 日内変動と日間変動(%)

試料	日内	日間
$S_2$	1.47	2.73
$S_3$	2.02	3.43
$S_4$	1.20	1.94

第4表 6日目のデータによる真値の推定

試料	% $H_2$	測定値	真値の推定値
$S_2$ (25%)		20.4	25.6
		28.2	23.6
		29.8	25.1
$S_3$ (50%)		60.2	52.7
		58.3	51.1
		52.7	50.4
$S_4$ (75%)		84.5	74.8
		84.6	74.9
		84.5	74.8

第2表 実験結果( $H_2$ %)

日	$S_1$ (0%)	$S_2$ (25%)	$S_3$ (50%)	$S_4$ (75%)
1日目	0	29.7	54.7	82.9
	0	27.3	53.4	81.9
	0	28.3	52.4	83.4
2日目	0	25.4	51.0	81.5
	0	25.8	45.6	80.6
	0	24.2	48.9	78.7
3日目	0	32.1	52.9	84.3
	0	31.6	55.9	84.6
	0	30.8	55.4	84.7
4日目	0	34.3	52.7	85.8
	0	29.7	60.2	86.8
	0	31.8	52.9	85.5
5日目	0	28.8	54.6	82.4
	0	32.6	52.8	86.5
	0	29.9	58.4	85.2
6日目	0	30.4	60.2	84.5
	0	28.2	58.3	84.6
	0	29.8	52.7	84.5